Doc. 1-1 on ss 1 from WPIL using MAX

©Derwent Information

# Free flowing, stable aq. pearl gloss concentrate - contg. component seal pearl gloss, emulsifier and low mol. poly:ol, used in compsn. contg. water soluble surfactant

Patent Number: DE3843572

International patents classification: A61K-007/075 A61K-007/08 C11D-003/40 A61K-007/00 A61K-007/07 A61K-007/50 B01F-017/00 B01F-017/28 B01F-017/44 B01J-013/00 C07C-069/28 C11D-001/90 C11D-003/20 C11D-007/26 C11D-017/00

DE3843572 A A pearl gloss concentrate, as a free flowing aq. dispersion, contains (A) 15-40 wt.% of components forming a pearl gloss, (B) 5-55% of nonionic, ampholytic and/or zwitterionic emulsifiers, and (C) 0.1-5% of low mol. poly-alcohol. The amts. are (A) 20-30%, (B) 15-30%, and (C) 0.5-3%. (A) the pearl gloss component is an ester of formula R1-(OCnH2n)x-OR2, a

monoalkanolamide of formula R3-CO-NH-X, a 16-22 C linear, satd. fatty acid and/or a beta-ketosulphone. USE/ADVANTAGE - Cloudy, liq. aq. compsns. of water-sol surfactants, with a pearl gloss, are prepd. by adding 0.5-10 (1.5-5) wt.% of the pearl gloss concentrate, at 0-40 deg. C, to the clear aq. compsns. (claimed). The concentrate is stable for at least 3 months, with high concn. of (A), may be free from alkanolamides, is easily incorporated in compsns. requiring a pearl gloss, and can be pumped at 5-40 deg. C. (9pp Dwg.No 0/0) EP-376083 B A pearlescent concentrate in the form of a free-flowing, aqueous dispersion, characterised in that it contains (a) 15 to 40% by weight pearlescing components, (B) 5 to 55% by weight nonionic, ampholytic and/or zwitterionic emulsifiers and (C) 0.1 to 5% by weight low molecular

weight, polyhydric alcohols.

US5711899 A A pearl gloss concentrate, as a free flowing aq. dispersion, contains (A) 15-40 wt.% of components forming a pearl gloss, (B) 5-55% of nonionic, ampholytic and/or zwitterionic emulsifiers, and (C) 0.1-5% of low mol. poly-alcohol.

The arms. are (A) 20-30%, (B) 15-30%, and (C) 0.5-3%. (A) the pearl gloss component is an ester of formula R1-(OCnH2n)x-OR2, a

monoalkanolamide of formula R3-CO-NH-X, a 16-22 C linear, satd. fatty acid and/or a beta-ketosulphone. USE/ADVANTAGE - Cloudy, liq. aq. compsns. of water-sol surfactants, with a pearl gloss, are prepd. by adding 0.5-10 (1.5-5) wt.% of the pearl gloss concentrate, at 0-40 deg. C, to the clear aq. compsns. (claimed). The concentrate is stable for at least 3 months, with high concn. of (A), may be free from alkanolamides, is easily incorporated in compsns. requiring a pearl gloss, and can be pumped at 5-40 deg. C. (Dwg.0/0)

Publication data:

Patent Family: DE3843572 A 19900628 DW1990-27 9p \* AP: 1988DE-3843572 19881223

EP-376083 A 19900704 DW1990-27 AP: 1989EP-0123177

19891214 DSR: GR

WO9007323 A 19900712 DW1990-31 DSNW: AU BR DK JP KR US DSRW: AT BE CH DE ES FR GB IT LU NL SE

CA2006248 A 19900623 DW1990-36 AU8946665 A 19900801 DW1990-42

DK9101078 A 19910606 DW1991-41 EP-449904 A 19911009 DW1991-41 9p AP: 1990EP-0900789

19891214 DSR: AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

BR8907848 A 19911022 DW1991-47 JP04502636 W 19920514 DW1992-26 C11D-003/40 9p FD:

Based on WO9007323 AP: 1989WO-EP01542 19891214; 1990JP-0501022 19891214

EP-376083 B1 19930303 DW1993-09 A61K-007/08 Ger 14p AP: 1989EP-0123177 19891214 DSR: AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI NL SE

DE58903673 G 19930408 DW1993-15 A61K-007/08 FD: Based on EP-376083 AP: 1989DE-5003673 19891214; 1989EP-0123177

19891214

WO9007323 A3 19900809 DW1993-27 9p AP: 1989WO-

EP01542 19891214

ES2053936 T3 19940801 DW1994-32 A61K-007/08 FD: Based

on EP-376083 AP: 1989EP-0123177 19891214

JP2641801 B2 19970820 DW1997-38 C11D-003/40 7p FD:

Previous Publ. JP4502636; Based on WO9007323 AP: 1989WO-EP01542 19891214; 1990JP-0501022 19891214

US5711899 A 19980127 DW1998-11 A61K-007/08 6p AP: 1989WO-EP01542 19891214; 1991US-0679076 19910621;

1996US-0699174 19960819

KR-145316 B1 19980715 DW2000-18 A61K-007/075 AP: 1989WO-EP01542 19891214; 1990KR-0701874 19900823

Priority nº: 1988DE-3843572 19881223

Covered countries: 20

Publications count: 16

Cited patents: DE3519080; DE3617306; EP-221465 NoSR.Pub

• Patentee & Inventor(s):

Patent assignee: (HENK) HENKEL KGAA Inventor(s): ANSMANN A; KAWA R; JUNG A

 Derwent codes : Accession codes :

• Update codes :

					:
					•
					•
		•			
				,	
			•		
	-4				
574					
••					



Accession N°: 1990-202002 [27] Sec. Acc. n° CPI: C1990-087417 Manual code: CPI: A12-W11H D11-A03A1 D11-A03A2 D11-A03A4 D11-A04 D11-A12 D11-D07

Derwent Classes: A96 D21

Basic update code :1990-27 <u>Equiv. update code</u> :1990-27; 1990-31; 1990-36; 1990-42; 1991-41; 1991-47; 1992-26; 1993-09; 1993-15; 1993-27; 1994-32; 1997-38; 1998-11; 2000-18

							•
	•						
		4,				-@-	
			, i				
·							

<sub>00</sub> DE 3843572 A1



**DEUTSCHLAND** 

**PATENTAMT** 

② Aktenzeichen: P 38 43 572.1 2 Anmeldetag: 23. 12. 88

(3) Offenlegungstag: 28. 6.90 (5) Int. Cl. 5:

B01F17/00

C 11 D 17/00

C 11 D 3/20 C 11 D 3/32 C 11 D 3/34 // B01F 17/42,17/34 17/56,A61K 7/06, 7/13,7/50

(7) Anmelder:

Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

@ Erfinder:

Kawa, Rolf, 4019 Monheim, DE; Ansmann, Achim, Dr.; Kiel, Angelika, 4010 Hilden, DE

(54) Fließfähiges Perlglanzkonzentrat

Perlglanzkonzentrate mit einem Gehalt von 15 bis 40 Gew.-% an perigianzbildenden Komponenten können in Form einer fließfähigen, wäßrigen Dispersion formuliert werden, wenn die Dispersion gleichzeltig 5 bis 55 Gew.-% an nichtionogenen, ampholytischen und/oder zwitterionischen Emulgatoren und 0,1 bis 5 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen enthält.



#### Beschreibung

Gegenstand der Erfindung ist ein Perlglanzkonzentrat in Form einer fließ- oder pumpfähigen, wäßrigen

Dispersi n mit einem Gehalt von 15-40 Gew.-% an perlglanzbildenden Komponenten.

Wäßrigen Zubereitungen v n Tensiden und kosmetischen Präparaten kann man durch Einarbeitung von Substanzen, die nach dem Abkühlen in Form feiner, perlmuttartig aussehender Kristalle ausfallen und in den Zubereitungen dispergiert bleiben, ein perlglänzendes, ästhetisch ansprechendes Aussehen verleihen. Als perlglanzbildende Stoffe eignen sich z. B. die Mono- und Diester von Ethylenglykol, Propylenglykol und oligomeren Alkylenglykolen dieser Art oder Glycerin mit C16—C22-Fettsäuren, Fettsäuren sowie Monoalkanolamide von Fettsäuren mit Alkanolaminen mit 2 oder 3 C-Atomen.

Es ist auch bekannt, die genannten Perlglanzbilder in Wasser oder in wäßrigen Tensidlösungen stabil zu dispergieren und die auf diese Weise erhaltenen konzentrierten Perlglanzdispersionen den perlglänzend auszustattenden Zubereitungen ohne Erwärmung zuzusetzen, so daß sich das für die Einarbeitung sonst erforderliche

Erwärmen und Abkühlen zur Bildung der Periglanzkristalle erübrigt.

Perlglanzkonzentrate auf Basis der genannten Perlglanzbildner sind z. B. aus DE-A 16 69 152, aus JP-

56/71 021 (Chem. Abstr. 95/1 56 360), aus DE-A-34 11 328 und DE-A-35 19 081 bekannt.

Die aus DE-A-16 69 152 bekannten Perlglanzkonzentrate enthalten zur Stabilisierung der Dispersion im flüssigen Zustand anionische Tenside. Ein Gehalt an ionogenen Tensiden ist aber bei vielen Anwendungen solcher Perlglanzkonzentrate unerwünscht, da sich mit Rezepturbestandteilen entgegengesetzter Ionogenität Unverträglichkeiten und damit Störungen der Dispersionsstabilität ergeben können.

Weiterhin enthalten die aus diesen Druckschriften bekannten Konzentrate als Teil der periglanzbildenden Stoffe Fettsäure-mono- oder -dialkanolamide. Alkanolamine und deren Derivate werden aber in jüngster Zeit verdächtigt, an der Bildung von Nitrosaminen beteiligt zu sein, und es kann daher erwünscht sein, kosmetische

Zubereitungen ohne solche Alkanolamine und Alkanolamin-Derivate zu formulieren.

Ein Weglassen der Fettsäurealkanolamide aus den bekannten Perlglanz-Konzentraten führt aber zu einer deutlichen Verringerung der perlglänzenden Eigenschaften. Es wurde daher in der deutschen Patentanmeldung 37 24 547.3 der Anmelderin vorgeschlagen, Perlglanzkonzentrate einzusetzen, die als perlglanzbildenden Stoff im wesentlichen lineare, gesättigte Fettsäuren enthalten. Um einen befriedigenden Perlglanz im Endprodukt zu erhalten, sind jedoch deutlich höhere Konzentrationen an perlglanzbildenden Stoffen notwendig.

Die aus JP-56/71 021 bekannten Perlgianzkonzentrate haben den Nachteil, daß sie nicht fließfähig sind und bei entsprechender Verdünnung mit Wasser keine stabilen fließfähigen Dispersionen ergeben. Dadurch wird die

Handhabung und technische Verarbeitung der Konzentrate erheblich erschwert.

Es besteht jedoch weiterhin Bedarf an Perlglanzkonzentraten mit hohen Konzentrationen an perlglanzbildenden Komponenten bei gleicher Stabilität, die fließ- oder pumpfähig sind und sich gut in die mit Perlglanz auszustattenden Produkte unabhängig von deren Gehalt an kationischen oder anionischen Komponenten einarbeiten lassen. Weiterhin sollten diese Konzentrate gewünschtenfalls auch frei von Alkanolamiden formulierbar sein und bereits bei üblichen Konzentrationen an perlglanzbildenden Komponenten im Endprodukt diesem den gewünschten Perlglanz verleihen.

Es wurde nun gefunden, daß alle genannten Anforderungen erfüllt werden durch ein Periglanzkonzentrat in

Form einer fließfähigen, wäßrigen Dispersion, das gekennzeichnet ist durch einen Gehalt von

(A) 15-40 Gew.-% an perlgianzbildenden Komponenten

(B) 5-55 Gew.-% an nichtionogenen, ampholytischen und/oder zwitterionischen Emulgatoren und

(C) 0,1—5 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen.

Besonders vorteilhafte Eigenschaften zeigen Perlglanzkonzentrate mit einem Gehalt von

(A) 20-30 Gew.-% an perlglanzbildenden Komponenten

(B) 15-30 Gew.-% an nichtionogenen, ampholytischen und/oder zwitterionischen Emulgatoren und

(C) 0,5-3 Gew.-% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen.

Unter periglanzbildenden Komponenten werden schmelzbare Fett- oder Wachskörper verstanden, die beim Abkühlen ihrer wäßrigen Lösungen oder Emulsionen in einem Temperaturbereich von etwa 30—90°C in Form feiner, periglänzender Körper auskristallisieren.

Bevorzugte perigianzbildende Komponenten sind

(A1) Ester der Formei (I),

45

50

55

60

65

 $R^{1}$ — $(OC_{p}H_{2n})_{x}$ — $OR^{2}$  (I)

in der  $R^1$  eine lineare Fettacylgruppe mit 14 bis 22 C-Atomen,  $R^2$  Wasserstoff oder eine Gruppe  $R^1$ , n=2 oder 3 und x eine Zahl von 1 bis 4 ist, (A2) Monoalkanolamide der allgemeinen Formel ( $\Pi$ ),

 $R^3$ -CO-NH-X (II)

in der R<sup>3</sup> eine Alkylgruppe mit 8 bis 22 C-Atomen, insbesondere mit 8 bis 18 C-Atomen, und X eine Gruppe —CH<sub>2</sub>—CH<sub>2</sub>—OH, eine Gruppe —CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>—OH oder eine Gruppe —C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>—OH darstellt,

(A3) lineare, gesättigte Fettsäuren mit 16 bis 22 C-Atomen und (A4)  $\beta$ -Ketosulfone der allgemeinen Formel (III),

$$R^{4}$$
 $|$ 
 $R^{4}$ 
 $CO$ 
 $CH$ 
 $SO_{2}$ 
 $CH_{2}$ 
 $R^{4}$ 
 $(MI)$ 

in der R<sup>4</sup> eine Alkyl- oder Alkylengruppe mit 11 bis 21 C-Atomen, R<sup>5</sup> und R<sup>6</sup> Wasserstoffatome oder gemeinsam eine Ethylengruppe, die mit der zwischen R<sup>5</sup> und R<sup>6</sup> liegenden Gruppe einen Tetrahydrothiophendioxidring bildet, darstellen.

Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate können sowohl ausschließlich Vertreter einer dieser Verbindungsklassen als auch Mischungen von Vertretern mehrerer dieser Verbindungsklassen enthalten.

Als Ester (A1) der allgemeinen Formel R<sup>1</sup>—(OC<sub>a</sub>H<sub>2n</sub>)<sub>x</sub>—OR<sup>2</sup> können z. B. die Mono- und Diester des Ethylenglykols und Propylenglykols mit höheren Fettsäuren, z. B. mit Palmitinsäure, Stearinsäure oder Behensäure oder die Diester des Diethylenglykols oder des Triethylenglykols mit solchen Fettsäuren eingesetzt werden. Geeignet sind auch Mischungen von Mono- und Diestern der genannten Glykole mit Fettsäuregemischen, z. B. mit gehärteter Talgfettsäure oder mit der gesättigten C<sub>14</sub>—C<sub>18</sub>-Fettsäurefraktion der Talgfettsäure. Bevorzugt geeignet sind der Ethylenglykolmono- und/oder -diester der Palmitin- und/oder Stearinsäure.

Bevorzugte Monoalkanolamide (A2) sind die Monoethanolamide. Diese Verbindungen können einen einheitlichen Alkylrest enthalten. Es ist jedoch üblich, bei der Herstellung der Alkanolamide von Fettsäuregemischen aus natürlichen Quellen, z. B. Kokosfettsäuren, auszugehen, so daß entsprechende Mischungen bezüglich der Alkylreste vorliegen

Als lineare Fettsäuren (A3) können z. B. Palmitinsäure, Stearinsäure, Arachinsäure oder Behensäure eingesetzt werden, geeignet sind aber auch technische Fettsäureschnitte, die ganz oder überwiegend aus Fettsäuren mit 16 bis 22 C-Atomen bestehen, z. B. Palmitin-Stearinsäure-Fraktionen wie sie aus Talgfettsäure durch Abtrennung der bei +5°C flüssigen Fettsäuren gewonnen werden oder Palmitin-Stearinsäure-Fraktionen wie sie durch Härten von Talgfettsäure erhältlich sind.

Gegenüber den bekannten Ethylenglykolmono- und -diestern haben die  $\beta$ -Ketosulfone (A4) der allgemeinen Formel (III) den Vorteil, daß der Perlglanz der Zubereitungen eine höhere Thermostabilität aufweist, d. h. daß der Perlglanz beim Erwärmen der Zubereitungen auf über 50°C, teilweise sogar auf über 70°C, über mehrere Stunden erhalten bleibt. Hinsichtlich weiterer Informationen zu den genannten  $\beta$ -Ketosulfonen wird ausdrücklich auf den Inhalt der deutschen Patentanmeldung 35 08 051 hingewiesen.

Im Rahmen der erfindungsgemäßen Lehre ist es bevorzugt, die stark perlglanzgebenden Verbindungen der Klassen (A1) und (A2) zu verwenden.

Ganz besonders bevorzugt sind solche Perlglanzkonzentrate, deren perlglanzbildende Komponenten zu mindestens 70 Gew.-%, insbesondere zu mindestens 90 Gew.-%, aus Ethylenglykoldistearat bestehen.

Als Emulgatoren (B) können nichtionogene, ampholytische und/oder zwitterionische grenzflächenaktive Verbindungen verwendet werden, die sich durch eine lipophile, bevorzugt lineare, Alkyl- oder Alkenylgruppe und mindestens eine hydrophile Gruppe auszeichnen. Diese hydrophile Gruppe kann sowohl eine ionogene als auch eine nichtionogene Gruppe sein.

Nichtionogene Emulgatoren enthalten als hydrophile Gruppe z. B. eine Polyolgruppe, eine Polyalkylenglykolethergruppe oder eine Kombination aus Polyol- und Polyglykolethergruppe.

Bevorzugt sind solche Perlglanzkonzentrate, die als Emulgatoren nichtionogene Tenside aus der Gruppe der

- (B1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe,
- (B2) C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin,
- (B3) Glycerinmono- und -diester und Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsäuren und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte,

55

- (B4) C8-C18-Alkylmono- und -oligoglycoside und deren ethoxylierte Analoga und
- (B5) Anlagerungsprodukte von 10 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und gehärtetes Ricinusöl.

enthalten.

Ebenfalls geeignet sind Mischungen von Verbindungen aus mehreren dieser Substanzklassen.

Die Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid und/oder von Propylenoxid an Fettalkohole, Fettsäuren, Alkylphenole, Glycerin-mono- und -diester sowie Sorbitanmono- und -diester von Fettsäuren oder an Ricinusöl stellen bekannte, im Handel erhältliche Produkte dar. Es handelt sich dabei um Homologengemische, deren mittlerer Alkoxylierungsgrad dem Verhältnis der Stoffmengen von Ethylenoxid und/oder Propylenoxid und Substrat, mit denen die Anlagerungsreaktion durchgeführt wird, entspricht.

C<sub>12</sub>—C<sub>18</sub>-Fettsäuremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von Ethylenoxid an Glycerin sind aus DE-PS 20 24 051 als Rückfettungsmittel für kosmetische Zubereitungen bekannt. C<sub>8</sub>—C<sub>18</sub>-Alkylmono- und -oligoglycoside, ihre Herstellung und ihre Verwendung als oberflächenaktive Stoffe sind beispielsweise aus US-A 38 39 318, US-A 37 07 535, US-A 35 47 828, DE-A 19 43 689, DE-A 20 36 472 und DE-A 30 01 064 sowie EP-A 77 167 bekannt. Ihre Herstellung erfolgt insbesondere durch Umsetzung von Glucose oder Oligosacchari-

den mit primären Alkoholen mit 8 bis 18 C-Atomen. Bezüglich des Glycosidrestes gilt, daß sowohl Monoglycoside, bei denen ein cyclischer Zuckerrest glycosidisch an den Fettalkohol gebunden ist, als auch oligomere Glycoside mit einem Oligomerisationsgrad bis vorzugsweise etwa 8 geeignet sind. Der Oligomerisierungsgrad ist dabei ein statistischer Mittelwert, dem eine für solche technischen Produkte übliche Homologenverteilung zugrunde liegt.

Die Verbindungen aus der Gruppe (B1) stellen besonders bevorzugte nichtionogene Emulgatoren (B) im

Rahmen der erfindungsgemäßen Lehre dar.

Weiterhin können als Emulgatoren (B) zwitterionische Tenside verwendet werden. Als zwitterionische Tenside werden solche oberflächenaktiven Verbindungen bezeichnet, die im Molekül mindestens eine quartäre Ammoniumgruppe und mindestens eine -COO(-). der -SO<sub>3</sub>(-). Gruppe tragen. Besonders geeignete zwitterionische Tenside sind die sogenannten Betaine wie die N-Alkyl-N,N-dimethylammonium-glycinate, beispielsweise das Kokosalkyl-dimethylammonium-glycinat, N-Acyl-aminopropyl-N,N-dimethylammoniumglycinate, beispielsweise das Kokosacylaminopropyl-dimethylammoniumglycinat, und 2-Alkyl-3-carboxylmethyl-3-hydroxyethyl-imidazoline mit jeweils 8 bis 18 C-Atomen in der Alkyl- oder Acylgruppe sowie das Kokosacylaminoethylhydroxyethylcarboxymethylglycinat. Besonders bevorzugt ist das unter der CTFA-Bezeichnung Cocamidopropyl Betaine bekannte Fettsäureamid-Derivat.

Ebenfalls geeignete Emulgatoren (B) sind ampholytische Tenside. Unter ampholytischen Tensiden werden solche oberflächenaktiven Verbindungen verstanden, die außer einer C6-C18-Alkyl- oder -Acylgruppe im Molekül mindestens eine freie Aminogruppe und mindestens eine -COOH- oder -SO3H-Gruppe enthalten und zur Ausbildung innerer Salze befähigt sind. Beispiele für geeignete ampholytische Tenside sind N-Alkylglycine, N-Alkylpropionsäuren, N-Alkylaminobuttersäuren, N-Alkyliminodipropionsäuren, N-Hydroxyethyl-N-alkylamidopropylgiycine, N-Alkyltaurine, N-Alkylsarcosine, 2-Alkylaminopropionsäuren und Alkylaminoessigsäuren mit jeweils etwa 8 bis 18 C-Atomen in der Alkylgruppe. Besonders bevorzugte ampholytische Tenside sind das N-Kokosalkylaminopropionat, das Kokosacylaminoethylaminopropionat und das C12-18-Acylsarcosin.

Im Rahmen der erfindungsgemäßen Lehre können die Perlglanzkonzentrate Vertreter einer oder mehrerer der genannten Tensidklassen enthalten. Bei Verwendung von Mischungen ist es bevorzugt, nichtionogene und zwitterionische und/oder ampholytische Tenside in einem Massenverhältnis von 5:1 bis 1:5 einzusetzen.

Die erfindungsgemäßen Periglanzkonzentrate, die lediglich nichtionogene, zwitterionische und/oder ampholytische Tenside enthalten, haben sich als besonders universell einsetzbar und mit wäßrigen Zubereitungen wasserlöslicher oberflächenaktiver Stoffe beliebiger Art und Ionogenität als besonders gut verträglich erwiesen. Gewünschtenfalls können die Perigianzkonzentrate aber zusätzlich noch anionische oder kationische Emulga-

toren enthalten.

Solche anionischen Emulgatoren sind beispielsweise Alkylsulfate und Alkyipolyethylenglykolethersulfate mit 1 bis 6 Ethylenglykolethergruppen im Molekill, die in Form ihrer Alkali-, Magnesium-, Ammonium-, Mono-, Dioder Trialkanolammoniumsalze mit 2 bis 3 C-Atomen in der Alkanolgruppe eingesetzt werden. Weitere geeignete Aniontenside sind Alkansulfonate, a-Olefinsulfonate, a-Sulfofettsäuremethylester, Fettalkohol(polyglykolether)carboxylate, Sulfobernsteinsäuremono- und dialkylester, Sulfobernsteinsäureester-Salze, Acylisethionate, Acyltauride und Acylsarcoside. Auch Seifen können als Emulgatoren verwendet werden. Dies kann z. B. dadurch erreicht werden, daß man einen kleinen Teil, d. h. etwa 1 bis 20 Gew.-%, der linearen, gesättigten Fettsäuren durch zugesetztes Alkalihydroxid verseift und auf diese Weise in einen anionischen Emulgator überführt. Bevorzugte anionische Tenside sind die Alkylpolyethylenglykolethersulfate wie beispielsweise das Natriumlaurylpolyglykolethersulfat.

Als kationische Emulgatoren sind quartäre Ammoniumtenside, beispielsweise Alkyltrimethylammoniumchloride und Dialkyldimethylammoniumchloride, z. B. Cetyltrimethylammoniumchlorid, Stearyltrimethylammoniumchlorid, Distearyldimethylammoniumchlorid, Lauryldimethylammoniumchlorid und Lauryldimethylbenzylammoniumchlorid, Cetylpyridiniumchlorid und Talgalkyltris-(oligooxyalkyl)-ammonium-phosphat zu nennen.

Die Alkylgruppen in den genannten anionischen und kationischen Tensiden enthalten üblicherweise 8 bis 22,

insbesondere 12 bis 18 C-Atome.

Bei den als Tenside eingesetzten Verbindungen mit Alkylgruppen kann es sich jeweils um einheitliche Substanzen handeln. Es ist jedoch in der Regel bevorzugt, bei der Herstellung dieser Stoffe von nativen pflanzlichen und tierischen Rohstoffen auszugehen, so daß man Substanzgemische mit unterschiedlichen, vom jeweiligen Rohstoff abhängigen Alkylkettenlängen erhält.

Entscheidend für die Fließ- bzw. Pumpfähigkeit der erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate ist der Gehalt an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen. Bevorzugt eingesetzte niedermolekulare mehrwertige Alkohole enthalten 2-6 Kohlenstoffatome und 2-6 Hydroxylgruppen. Solche Alkohole sind beispielsweise Ethylenglykol, 1,2- und 1,3-Propylenglykol, Glycerin, Di- und Triethylenglykol, Erythrit, Arabit, Adonit, Xylit, Sorbit, Mannit und Dulcit. Die Verwendung von bei Raumtemperatur flüssigen Verbindungen, insbesondere von 1,2-Propylenglykol und/oder Glycerin, ist besonders bevorzugt.

Bei Perlgianzkonzentraten, die weniger als etwa 30 Gew.-% an perlgianzgebenden Komponenten enthalten, hat es sich in vielen Fällen als ausreichend erwiesen, wenn der Gehalt an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen etwa 1 Gew.-% beträgt. Dies trifft vor allem dann zu, wenn als Alkoholkomponente 1,2-Propylengly-

kol und/oder Glycerin verwendet wird.

Daneben enthalten die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate im wesentlichen Wasser. Zur Konservierung gegen Bakterien- und Pilzbefall werden handelsübliche Konservierungsmittel in untergeordneten Mengen zugegeben. Weiterhin können in untergeordneten Mengen Puffersubstanzen zur Einstellung des pH-Wertes auf Werte zwischen 2 und 8, z. B. Citronensäure und/oder Natriumcitrat enthalten sein.

Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate sind mindestens in einem Temperaturbereich von 5-40°C pumpbar und über einen längeren Zeitraum, d. h. mindestens etwa 3 Monate lagerstabil.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate erfolgt bevorzugt in der Weise, daß die Komponenten (A), (B) und (C) zunächst gemeinsam auf eine Temperatur erwärmt wird, die etwa 1 bis 30°C oberhalb des Schmelzpunktes liegt. Dies wird in den meisten Fällen eine Temperatur von etwa 60 bis 90°C sein. Sodann wird zu dieser Mischung das auf etwa die gleiche Temperatur erwärmte Wasser hinzugegeben. Falls als Emulgator ein ionisches, wasserlösliches Tensid eingesetzt wird, kann es bevorzugt sein, dieses in der Wasserphase aufzulösen und mit dem Wasser zusammen in die Mischung einzubringen. Die wäßrige Phase kann auch bereits gegebenenfalls die Puffersubstanzen gelöst enthalten. Die entstehende Dispersion wird dann unter stetigem Rühren auf Raumtemperatur, d. h. auf etwa 25°C, abgekühlt. Die Viskosität des Perlglanzkonzentrates ist in den allermeisten Fällen so niedrig, daß auf den Einsatz besonderer Rühraggregate wie Homogenisatoren oder andere hochtourige Mischvorrichtungen verzichtet werden kann. Temperaturempfindliche Konservierungsmittel sollten erst nach Abkühlung auf Temperaturen unterhalb 40°C, insbesondere erst kurz vor Beendigung des Abkühlvorganges bei Temperaturen von etwa 30°C zugesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen Perlglanzkonzentrate eignen sich zur Herstellung getrübter und perlglänzender flüssiger, wäßriger Zubereitungen wasserlöslicher oberflächenaktiver Stoffe. Sie können z. B. in flüssige Waschund Reinigungsmittel wie Spülmittel, flüssige Feinwaschmittel und flüssige Seifen, bevorzugt aber in flüssige Körperreinigungs- und Pflegemittel wie z. B. Haarwaschmittel (Shampoos), flüssige Hand- und Körperwaschmittel, Duschbadzubereitungen, Badezusätze (Schaumbäder), Haarspülmittel oder Haarfärbezubereitungen ein-

gearbeitet werden.

Zur Erzeugung von Perlglanz werden den klaren wäßrigen Zubereitungen bei 0 bis 40°C die erfindungsgemä-Ben Perlglanzkonzentrate in einer Menge von 1 bis 10 Gew.-%, insbesondere 1,5 bis 5 Gew.-%, der Zubereitung zugesetzt und unter Rühren darin verteilt. Je nach Zubereitung und Einsatzkonzentration entsteht ein metallisch glänzender, dichter bis schwach glänzender, extrem dichter Perlglanz.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

Die folgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern, ohne ihn darauf zu begrenzen.

#### Beispiele

Es wurden fließfähige Perlglanzkonzentrate mit den in Tabelle 1 aufgeführten Zusammensetzungen hergestellt. Soweit verdünnte Lösungen der Komponenten (A) und (B) eingesetzt wurden, beziehen sich die Angaben auf Gew.-% Aktivsubstanz. Bei den mit den Verkaufsbezeichnungen aufgeführten Stoffen handelt es sich um die im folgenden aufgeführten Substanzen:

## 38 43 572

Tabelle 1 Fließfähige Perlglanzkonzentrate, Gehalt [Gew.-%]

Komponenten	Mischung Nr.											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Periglanzbildner (A)	25	25	25	30	30	30	25	25	25	25	25	25
davon: Cutina® AGS¹) Comperlan® 100²)	25 -	25 -	25 ~	30 -	30 -	25 5	25 -	25 -	25 -	<b>25</b> 	25 -	25 -
Emulgator (B)	19	17	19	20,5	20,5	20,5	17	18	17	17	19	18,
davon: Dehydol <sup>©</sup> LS 4 <sup>3</sup> ) Dehyton <sup>©</sup> K <sup>4</sup> )	5 9	11 6	5 9	13 7,5	13 7,5	13 7,5	11 6	8 6	11 6	1·1 6	5 9	11 7,
Dehydol <sup>o</sup> LS 3 <sup>5</sup> )	5		5	-	-	-	-	4	-		5	-
Alkohol (C) davon:	ı	5	1	5	5	5	5	1	1	. 1	1	5
Glycerin <sup>6</sup> ) 1,2-Propylenglykol	1	5 -	- 1	- -	5	- -	- 5	ī	<u> </u>	1	1.	2
Wasser Konservierungsmittel Stellmittel	<b>-</b>					ad	100 -	<u> </u>				

<sup>1)</sup> Ethylenglykoldistearat (mind. 90% Diester) (HENKEL).

ca. 10% Palmitinsaure

ca. 13% Stearinsäure und Ölsäure.

Die eingesetzten Mengen an Komponenten A, B und C wurden auf eine Temperatur von 75°C erwärmt. Zu dieser Schmelze wurde das auf 75°C erwärmte Wasser hinzugegeben. Unter stetigem Rühren wurde die Dispersion dann auf 25°C abgekühlt, wobei bei einer Temperatur von 30°C das Konservierungsmittel zugege-

Die Viskositäten der Perlglanzkonzentrate wurden mit einem Brookfield-RVF-Viskosimeter, Spindel 5, 10 Umdrehungen pro Minute, jeweils bei der Temperatur bestimmt, bei der die Mischung gelagert worden war. Die Vergleichsmischung Vx hat jeweils bis auf die fehlende Komponente C die gleiche Zusammensetzung wie die Mischung x. Die Meßwerte sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

55

45

60

65

<sup>2)</sup> Kokossettsäuremonoethanolamid (ca. 95% Amid) (HENKEL) Zusammensetzung der Fettsäure: ca. 56% Laurinssäure
ca. 21% Mynistinssäure

<sup>3)</sup> C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>-Fettalkohol + 4 Ethylenoxid (HENKEL).

<sup>4)</sup> Wäßrige Lösung eines Fettsäureamid-Derivats mit Betainstruktur der Formel R—CONH—(CH<sub>3</sub>)—N°(CH<sub>3</sub>)—CH<sub>3</sub>—COO mit der CTFA-Bezeichnung Cocamidopropyl Betaine (ca. 30% Aktivsubstanz, ca. 5% NaCl) (HENKEL).

<sup>5)</sup> C<sub>12</sub>-C<sub>14</sub>-Fettalkohol + 3 Ethylenoxid (HENKEL).

<sup>6) 86%</sup> in Wasser.

Tabelle 2
Viskositätswerte

Mischung Nr.	Temperatur [°C]	Lagerzeit [Tage]	Viskosität [mPas]
2	10	1	14 400
2 2 2	25	1	6 000
2	40	1	14 000
7	10	1	14 000
7	25	1	5 600
7	40	1	8 000
9	10	14	14 000
V 9	10	14	22 000
9	25	1	6 000
V 9	25	1	11 200
9	25	7	5 200
V 9	25	7	12 000
9	25	14	5 200
V 9	25	14	12 000
9	40	14	14 000
V 9	40	14	20 000
10	10	14	16 000
V 10	10	14	22 000
10	25	1	6 000
V 10	25	1	11 200
10	25	7	6 000
V 10	25	7	12 000
10	25	14	6 400
V 10	25	14	12 000
10	40	14	13 600
V 10	40	14	20 000

Die Ergebnisse zeigen die deutliche Senkung der Viskosität durch den Alkoholzusatz.

(

#### Anwendungsbeispiele

#### 1) Shampoo mit Aniontensiden

Komponente	Gew%
Fettalkohol(C <sub>12</sub> —C <sub>14</sub> )-polyglykol(2EO)- ethersulfat, Natriumsalz, ca. 30% in Wasser (CTFA-Bezeichnung: Sodium Laureth Sulfat	40,0 te)
N-Kokosacylamidopropyl-dimethylglycin, 30% in Wasser (CTFA-Bezeichnung: Cocamidopropyl Betai	10,0 in)
Cetio!* HE'	2,0
Perlglanzkonzentrat Mischung 9	3,0
Natriumchlorid	0,8
Wasser	ad 100

## 2) Schaumbad mit Aniontensiden

		Komponente	Gew%				
5		Fettalkohol(C <sub>12</sub> —C <sub>14</sub> )-sulfat, Magnesiumsalz, ca. 30% in Wasser (CTFA-Bezeichnung: Magnesium Lauryl Sulfate)	40,0				
10		N-Kokosacylamidopropyl-dimethylglycin, 30% in Wasser (CTFA-Bezeichnung: Cocamidopropyl Betain	10,0				
15		Sulfobernsteinsäuremonolaurylpolyglykol (3 EO)-ester, 40% in Wasser (CTFA-Bezeichnung: Disodium Laurethsulfosuccinate)	4,5				
		Cetio <sup>P9</sup> HE <sup>7</sup> )	2,0				
20		Perigianzkonzentrat Mischung 7	3,0				
		Natriumchlorid	0,3				
		Wasser	ad 100				
25	·	3) Haarkur mit kationischen Tenside	n .				
		Komponente	Gew%				
30		Quaternum-52 <sup>9</sup> )	2,0				
		Cetiol <sup>o</sup> HE	0,5				
		Viscontran <sup>®</sup> HEC 30 000 PR <sup>9</sup> )	50.0				
35		Periglanzkonzentrat Mischung 2	5,0				
		Citronensäure	0,2				
	-	Wasser	ad 100				
40		<ul> <li>Polyol-Fettsäureester (CTFA-Bezeichnung: PEC Cocoate) (HENKEL)</li> <li>Tris-(oligooxyethyl)-alkylammoniumphosphat, 5 ser (HENKEL)</li> <li>Hydroxyethylcellulose, 2% in Wasser (AQUALO)</li> </ul>	0% in Was-				
45		Patentansprüche					
50	(A) 15—40 Gew (B) 5—55 Gew9	t in Form einer fließfähigen, wäßrigen Dispersi % an perlglanzbildenden Komponenten 6 an nichtionogenen, ampholytischen und/oder 6 an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoho	zwitterionischen Emulgatoren und				
55	enthält.  2. Perlglanzkonzentrat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es  (A) 20—30 Gew% an perlglanzbildenden Komponenten  (B) 15—30 Gew% an nichtionogenen, ampholytischen und/oder zwitterionischen Emulgatoren und  (C) 0,5—3 Gew% an niedermolekularen, mehrwertigen Alkoholen						
60	enthält. 3. Periglanzkonzentra dende Komponenten (A1) Ester der Fo	at nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurc ormel (I),	h gekennzeichnet, daß als periglanzbil-				
65	n=2 oder 3 und	-OR <sup>2</sup> (I) neare Fettacylgruppe mit 14 bis 22 C-Atomen x eine Zahl von 1 bis 4 ist, und/oder olamide der allgemeinen Formel (II),	, $R^2$ Wasserstoff oder eine Gruppe $R^1$ ,				
	R3-00-NH-	x (II)					

in der R³ eine Alkylgruppe mit 8 bis 22 C-Atomen, insbesondere mit 8 bis 18 C-Atomen, und X eine Gruppe -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-OH, eine Gruppe -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-OH oder eine Gruppe -C(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-OH darstellt,

(A3) lineare, gesättigte Fettsäuren mit 16 bis 22 C-Atomen und/oder

(A4) β-Ketosulfone der allgemeinen Formel (III),

$$R^{5}$$
|
 $R^{4}$ — $CO$ — $CH$ — $SO_{2}$ — $CH_{2}$ — $R^{6}$  (III)

in der R<sup>4</sup> eine Alkyl- oder Alkylengruppe mit 11 bis 21 C-Atomen, R<sup>5</sup> und R<sup>6</sup> Wasserstoffatome oder gemeinsam eine Ethylengruppe, die mit der zwischen R<sup>5</sup> und R<sup>6</sup> liegenden Gruppe einen Tetrahydrothiophendioxidring bildet, darstellen,

enthalten sind

- 4. Perlglanzkonzentrat nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß die perlglanzbildenden Komponenten zu mindestens 70 Gew.-%, insbesondere zu mindestens 90 Gew.-%, aus Ethylenglykoldistearat bestehen.
- 5. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren nichtionogene Tenside, insbesondere aus der Gruppe der
  - (B1) Anlagerungsprodukte von 2 bis 30 Mol Ethylenoxid und/oder 0 bis 5 Mol Propylenoxid an lineare Fettalkohole mit 8 bis 22 C-Atomen, an Fettsäuren mit 12 bis 22 C-Atomen und an Alkylphenole mit 8 bis 15 C-Atomen in der Alkylgruppe,
  - (B2) C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub>-Fettsauremono- und -diester von Anlagerungsprodukten von 1 bis 30 Mol Ethylenoxid an Glycerin,
  - (B3) Glycerinmono- und -diester und Sorbitanmono- und -diester von gesättigten und ungesättigten  $C_8-C_{18}$ -Fettsäuren und deren Ethylenoxidanlagerungsprodukte,
  - (B4) C8-C18-Alkylmono- und -oligoglycoside und deren ethoxylierte Analoga und
- (B5) Anlagerungsprodukte von 10 bis 60 Mol Ethylenoxid an Ricinusöl und gehärtetes Ricinusöl, enthalten sind.
- 6. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren zwitterionische Tenside, insbesondere ausgewählt aus der Gruppe der Betaine, enthalten sind.
- 7. Periglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß als Emulgatoren ampholytische Tenside, enthalten sind.
- 8. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß nichtionogene und zwitterionische und/oder ampholytische Tenside in einem Massenverhältnis von 5:1 bis 1:5 enthalten sind.
  9. Perlglanzkonzentrat nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß der niedermolekulare, mehrwertige Alkohol 2-6 C-Atome und 2-6 Hydroxylgruppen enthält.
- 10. Perlglanzkonzentrat nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß als niedermolekularer, mehrwertiger Alkohol 1,2-Propylenglykol und/oder Glycerin enthalten ist.
- 11. Verfahren zur Herstellung von Perlglanzkonzentraten nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man eine Mischung der Komponenten (A), (B) und (C) auf eine Temperatur erwärmt, die 1 bis 30°C oberhalb des Schmelzpunktes der Mischung liegt, mit der notwendigen Menge Wasser etwa der gleichen Temperatur mischt und anschließend auf Raumtemperatur abkühlt.
- 12. Verfahren zur Herstellung getrübter und perlglänzender flüssiger, wäßriger Zubereitungen wasserlöslicher oberflächenaktiver Stoffe, dadurch gekennzeichnet, daß man den klaren wäßrigen Zubereitungen bei 0 bis 40°C Perlglanzkonzentrate nach einem der Ansprüche 1 bis 10 in einer Menge von 0,5 bis 10 Gew.-%, insbesondere von 1,5 bis 5 Gew.-%, der Zubereitung zusetzt und unter Rühren darin verteilt.

50

10

15

20

25

55

60

65

- Leerseite -